# Pressure swing adsorption process and, e.g., for sepn. of oxygen@ from air

Patent number:

DE4439682

**Publication date:** 

1996-05-09

Inventor:

KIEFER CLEMENS DR (DE); KRIEG BERNHARD (DE);

BRUENING LUTZ (DE)

Applicant:

KIEFER CLEMENS DR (DE); KRIEG BERNHARD (DE);

**BRUENING LUTZ (DE)** 

Classification:

- international:

B01D53/02

- european:

B01D53/047

Application number: DE19944439682 19941107

Priority number(s): DE19944439682 19941107

#### Abstract of DE4439682

A pressure-swing adsorption process has a cycle comprising the individual steps of gas mixt. entry, gas mixt. compression, application of a pre-vacuum stage, application of a vacuum, removal of the product gas by suction, and purging with the product gas. Two of the individual stages can take place simultaneously. Also claimed is an appts. for the process having a vessel divided into six or more compartments. The gas exchange takes place at both the top and bottom ends of the vessel by means of rotating perforated discs.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

		•				
•				ŕ		
	*					
	€ .			j		4
		4				.*
				193		-4
	Ţ.		i			
						•)
		·	•			
	1.6					
		-			(·) **	

(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND

<sup>®</sup> Offenlegungsschrift<sup>®</sup> DE 44 39 682 A 1

(5) Int. Cl.<sup>6</sup>: B 01 D 53/02



DEUTSCHES PATENTAMT

(1) Aktenzeichen:

P 44 39 682.1

Anmeldetag:

7. 11. 94

Offenlegungstag:

9. 5. 96

5

**DE 4439682 A** 

① Anmelder:

Kiefer, Clemens, Dr., 04299 Leipzig, DE; Krieg, Bernhard, 04299 Leipzig, DE; Brüning, Lutz, 06842 Dessau, DE ② Erfinder: gleich Anmelder

(S) Verfahren und Vorrichtung einer Druckwechseladsorptionsanlage

In der Erfindung werden ein Verfahren und eine Vorrich-

tung für eine Druckwechseladsorptionsanlage beschrieben, die eine Senkung der Energiekosten und eine kompakte Bauweise erlauben. Der Behälter wird in sechs oder mehr Kammern, die mit Zeolith gefüllt werden, eingeteilt. Der Desorptionsvorgang erfolgt in den drei Schritten: 1) Schnelles Erreichen eines Vorvakuums durch Anschluß an einen Vakuumbehälter; 2) Evakuierung bis auf einen Druck von ca. 200 bar; 3) Evakuieren und Spülen. Über sich um eine Achse drehende Lochscheiben werden Behälter mit Pumpen oder Rohrleitungen verbunden oder von diesen getrennt. An der planparallelen Lochscheibe liegen zu beiden Seiten dichtend plane Platten an, in denen sich Öffnungen befinden. Damit der Anpreßdruck aufgrund von Druckänderungen in den Behältern und Rohrleitungen nicht ständig schwankt und hohe Werte annimmt, werden Vertiefungen in die Dichtflächen eingebracht und diese über Kanäle mit den Öffnungen, die zu den Behältern und Rohrleitungen führen, verbunden. Der Anpreßdruck wird durch Verstellen von Keilen, die paarweise planparallele Klötze bilden, eingestellt.

#### $\mathbf{DE}$ 44 39 682

# Beschreibung

Die Druckwechseladsorption (DWA) wird industriell zur Trennung von Gasgemischen angewendet. Bekannt ist die Unterscheidung der DWA in die PSA (Pressure Swing Adsorption), bei der die Luft in den Behälter mit erhöhtem Druck gepreßt wird und die Desorption über eine Entspannung auf Atmosphärendruck erfolgt und die VSA (Vakuum Swing Adsorption) bei der die Luft nur mit geringfügigem Überdruck in den Zeolithbehälter gedrückt wird und die Desorption mit Hilfe eines Vakuums erfolgt.

Das Verfahren und die Vorrichtung sollen am Beispiel der Sauerstoffgewinnung erläutert werden.

Der VSA-Prozeß hat sich als der energetisch günstigere erwiesen und soll deshalb hier vorrangig betrachtet

Der VSA-Prozeß wird durch folgende Verfahrensschritte charakterisiert: 1) Eindrücken von Luft auf der Eintrittsseite in einen Zeolithbehälter mit geringfügigem Überdruck; Absaugen von O2 an der Austrittsseite des Behälters; 2) Absaugen von Stickstoff auf der Eintrittsseite bis zu einem Vakuum von ca. 200 mbar; 3) Spülen des Zeolithbettes mit O2 von der Austrittsseite aus.

Um einen kontinuierlichen Sauerstoffstrom zu erhalten, hat man meist drei Behälter, in denen diese Verfahrensschritte zeitlich versetzt ablaufen. Die Wirtschaftlichkeit einer Anlage wird erhöht, wenn der Energieverbrauch und die Anlagenkosten gesenkt werden. Dazu ist eine Optimierung des Prozesses erforderlich.

Mit drei Behältern läuft der Prozeß nicht optimal ab, da die Zeitabläufe nur in geringem Maße geändert werden können. Mehr als drei Behälter sind auf Grund des zunehmenden Aufwandes in der Rohr- und Ventilkonstruktion nicht mehr wirtschaftlich.

Deshalb gibt es eine Reihe von Patentschriften, in denen versucht wird, die Ventilkonstruktion so zu ändern, daß der Aufwand gesenkt wird. So werden in der Patentschrift DE 38 32 177 A1 eine Vorrichtung zum Steuern der Gasströme und in der Patentschrift DE 38 32 213 A1 ein Ventilblock für Druckwechseladsorptionsanlagen beschrieben. Trotz der durch diese Patente ermöglichten kompakten Bauweise ist der Aufwand noch relativ hoch, wenn mehr als drei Behälter eingesetzt werden.

Die Anzahl der Behälter oder Kammern kann auf sechs erhöht werden, wenn ein mit Löchern versehenes Verteilerrohr in einem mit Löchern versehenem Behälterinnenrohr dichtend läuft. Bei Drehung des Verteilerrohres werden Behälterkammern mit Pumpen oder Druckräumen verbunden oder von ihnen getrennt. Der Nachteil dieser Lösung liegt in den Dichtproblemen, die insbesondere nach Verschleiß auftreten und in der relativ großen Bauart, die eine modulare Bauweise von DWA-Anlagen nicht erlaubt. Die Anzahl der Behälter kann sechs kaum überschreiten und die Öffnungen müssen relativ klein gehalten werden, wenn das Verteilerrohr nicht allzu groß werden soll

In der Patentschrift DE 32 38 969 A1 werden Behälter über eine Steuerscheibe mit Pumpen oder anderen Behältern verbunden oder von ihnen getrennt. Von Nachteil ist bei dieser Konstruktion, daß die Steuerscheibe in einer Einlaßkammer untergebracht ist, in der ein Überdruck herrscht. Infolge der großen Fläche der Steuerscheibe treten sehr große Kräfte auf, die zu hoher Reibung und damit zu einem erhöhten Energieverbrauch führen. Große Öffnungen sind nicht möglich, da die Anschlüsse des Behältereinganges und -ausganges von nur einer Scheibe gesteuert werden.

Ziel der vorliegenden Erfindung sind ein Verfahren und eine Vorrichtung, die eine Senkung des Energieverbrauchs und eine kompakte Bauweise für DWA-Anlagen ermöglichen. Dabei sollen die oben angeführten Nachteile beseitigt werden. Mit der verfahrenstechnischen Anlage werden zum Zwecke der besseren Optimierung sechs oder mehr mit Molekularsieben gefüllte Behälter oder Kammern eingesetzt. Der Gasaustausch soll schnell erfolgen und die Desorption auf schnellstmöglichem Wege ablaufen.

In der Erfindung wird das Problem gelöst, indem Lochscheiben zwischen planen, mit Löchern versehenen Flächen, laufen. Dadurch werden Behälter (Kammern) mit Pumpen oder Rohrleitungen verbunden oder von ihnen getrennt. Der Gasaustausch findet am oberen und am unteren Ende der Behälter (Kammern) statt. Durch den Einsatz zweier Lochscheiben können größere Öffnungen realisiert werden. Dies führt zu einem schnelleren Gasaustausch und damit zur Verringerung der Anlagengröße. Es werden mindestens sechs, vorzugsweise neun Behälter (Kammern) eingesetzt.

In Fig. 1 ist das Prinzip dargestellt. Anstatt von neun axial angeordneten Behältern wird in der Erfindung vorzugsweise ein Behälter 1 in neun axial angeordnete Kammern 2 aufgeteilt. (s. Fig. 2). Die Kammern sind mit Zeolith gefüllt. Die Lochscheibe 4a (4b), in der sich Löcher (Schlitze) oder auch Kanale befinden, liegt dichtend zwischen den planen Dichtflächen der Behälterendplatte 3a (3b) und der Anschlußplatte 5a (5b).

Wird eine mit dem adsorbierten Stoff beladene Kammer 2 an die Vakuumpumpe angeschlossen, so kommt es zunächst zu einer Verschlechterung des Vakuums in allen gleichzeitig an die Vakuumpumpe angeschlossenen Kammern. Damit wird die Desorption unterbrochen. Das Vakuum baut sich nur langsam wieder auf. Wird nur eine kleine Kammer angeschlossen, so ist die Vakuumverschlechterung geringer und die Desorption wird in den anderen angeschlossenen Kammern weniger gehemmt. Dies erklärt, weshalb in der Erfindung vorzugsweise neun Kammern 2 eingesetzt werden. Da die Desorption das bestimmende Element bei der Druckwechseladsorption ist, kommt es darauf an, so schnell wie möglich ein Vakuum zu schaffen. In der Erfindung wird deshalb die beladene Kammer 2 zunächst an einen Vakuumbehälter 12 angeschlossen, der ständig von einer Vakuumpumpe 13 abgepumpt wird. Beim Zuschalten der Kammer 2 baut sich durch die Pufferwirkung des Behälters in dieser Kammer schnell ein Vorvakuum > 500 mbar auf. Der Vorteil ist, daß die Vorvakuumpumpe nicht überdimensioniert werden muß, um in kurzer Zeit eine hohe Saugwirkung zu erzielen. Die Kammer kann nun an eine weitere Vakuumpumpe angeschlossen werden, mit der das höhere Vakuum (von ca. 200 mbar) erreicht wird. Durch diese Verfahrensweise wird das Vakuum der mit angeschlossenen Kammern nicht wesentlich beeinträchtigt.

Ein Arbeitszyklus teilt sich in die Einzelschritte auf:

a: Vorvakuum

b: Vakuum

c: Luft einströmen

d: Luft eindrücken

e: O2 absaugen

f: O<sub>2</sub> spülen.

Unter c wird hier verstanden, daß infolge des in der Kammer vorhandenen Vakuums die Luft von selbst einströmt, wenn die Kammer mit der Außenluft verbunden wird. Ist ein Gebläse dazwischengeschaltet, so hat dieses bis zum Erreichen des Atmosphärendruckes keine Arbeit zu verrichten.

In der Erfindung wird in einem Neunkammersystem die in Tabelle 1 aufgeführte Verfahrensweise vorgeschlagen.

Tabelle 1

Kammer

•	•				.aimie I					
	1	2	3	4	<b>5</b> .	6	7	8	9	
	 ! c	đ/e	d/e	d/e	a	b	b	b	b/f	20
Arbeits-	d/e	d/e	ď/e	a	b	b	. <b>b</b> "	b/f	C	
	d/e	d/e	a	. b	b	b	b/f	C	d/e	
zyklus	d/e	a	b	b	b	b/f	C	ď/e	đ/e	
-	a	b	b	b	b/f	C	d/e	d/e	d/e	25
	b b	b	b	b/f	<b>C</b> . 4,	d/e	d/e	d/e	. a	
	b	b	b/f	C	d/e	d/e	d/e	a	b	
	ь	b/f	C	d/e	d/e	d/e	a	b	8 <b>b</b>	
	b/f	C	d/e	d/e	d/e	a	b	b	, b	. 30

Die einzelnen Verfahrensschritte a bis f können in Systemen, die aus sechs und mehr Behältern bestehen, nacheinander und z.T. gleichzeitig ablaufen. Je größer die Behälterzahl ist, um so feiner können die Einzelschritte zeitlich aufeinander abgestimmt werden. Der Vorteil der Lochscheibensteuerung besteht darin, daß die 35 zeitliche Abstimmung durch die Anordnung der Schlitze und ihre Länge eingestellt werden kann und die Anlage dann bei gleichen äußeren Parametern ohne jede Fremdsteuerung läuft. Der Gasaustausch findet sowohl am oberen Behälter als auch am unteren Behälter über Öffnungen 15 und 15' statt. Am oberen Behälter wird Sauerstoff (Produktgas) abgesaugt oder zur Spülung eingelassen. Am unteren Ende des Behälters wird Luft (Gasgemisch) eingelassen und eingedrückt sowie Stickstoff (adsorbierte Komponente) abgesaugt. In der Anschlußplatte 5a (5b) sind Verbindungskanäle 6 vorhanden, die Rohrleitungen mit den Öffnungen 15 in der Dichtfläche verbinden. Diese Öffnungen 15 liegen Öffnungen 15' in der Behälterendplatte 3a, 3b gegenüber. Die Löcher oder Schlitze 16 in der Lochscheibe 4a (4b) liegen auf einem Umfang, im gleichen Abstand von der Achse 14 wie die Öffnungen 15 und 15' (s. Fig. 3), so daß sie bei Drehung der Lochscheibe 4a (4b) um die Achse 14 die Öffnungen 15 und 15' verbinden oder diese trennen. Damit wird ein Gastransport ermöglicht oder unterbrochen. Die Lochscheiben werden vom Getriebemotor 10 direkt oder über die Welle 9 angetrieben. In der Lochscheibe 4b sind Verbindungskanale 7 vorhanden, über die entweder einzelne Kammern 2 untereinander oder naher zur Achse 14 liegende Öffnungen auf der einen Seite der Lochscheibe mit von der Achse 14 entfernteren Öffnungen auf der anderen Seite der Lochscheibe (s. Fig. 4c) verbunden werden können.

Da in den einzelnen Kammern 2 und Rohrleitungen unterschiedliche Drücke herrschen, werden die sich 50 drehenden Lochscheiben 4a (4b) mit ständig wechselnder Kraft an die sie einschließenden planen Platten 3a, 5a (3b, 5b) gedrückt. Dieser Druck kann sehr hoch sein bei entsprechender Fläche der Öffnungen.

Um dies zu vermeiden, wird jeder Öffnung 15 (15') in der Dichtfläche einer Platte 5a oder 5b (3a oder 3b) eine flächenmäßig gleich große Vertiefung 15v (15'v) (s. Fig. 4) in der Dichtfläche der gegenüberliegenden Platte 3a oder 3b (5a oder 5b) zugeordnet (s. Fig. 4a, 4c). Die Vertiefungen können auch in den Dichtflächen der jeweils 55 gegenüberliegenden Seite der Lochscheibe 4a oder 4b liegen (s. Fig. 4b).

In der Lochscheibe 4a (4b) befinden sich Kanäle 8, die die Öffnungen mit den ihnen zugeordneten Vertiefungen verbinden (s. Fig. 4). Damit herrscht in der Öffnung und in der Vertiefung der gleiche Druck. Auf diese Weise wirkt zu beiden Seiten der Lochscheibe ständig die gleiche Kraft und es kommt nicht zu hoher Reibung und erhöhtem Verschleiß. Die Vertiefungen sind nur wenige Millimeter tief, so daß kein nennenswerter Gastransport 60 für den Druckaufbau erforderlich ist.

Es werden auf dem entsprechenden Umfang der Lochscheibe so viele Kanäle 8 angebracht, daß ein ständiger Druckausgleich der Öffnungen mit den Vertiefungen erfolgen kann (s. Fig. 3).

Über Schrauben 18 wird die Anschlußplatte 5a (5b) gegen die Lochscheibe 4a (4b) und damit gegen die Behälterendplatte 3a (3b) gedrückt. Aus je zwei Keilen gebildete planparallele Klötze 17 verhindern, daß der Anpreßdruck zu stark wird. Der richtige Anpreßdruck, der die Dichtfunktion ermöglicht und die Reibung bei der Drehung der Lochscheibe auf einem möglichst niedrigem Niveau hält, wird über die Bewegung von Keilen in den Klötzen 17 eingestellt.

## Bezugszeichenliste

- 1 Behälter
- 2 Kammer
- 3a Behälterendplatte oben
  - 3b Behälterendplatte unten
  - 4a Lochscheibe oben
  - 4b Lochscheibe unten
  - 5a Anschlußplatte oben
- 10 5b Anschlußplatte unten
  - 6 Verbindungskanal in Anschlußplatte
  - 7 Verbindungskanal in Lochscheibe
  - 8 Kanal
  - 9 Welle
- 15 10 Getriebemotor
  - 11 Rohr
  - 12 Vakuumbehälter
  - 13 Vakuumpumpe
  - 14 Achse
- 20 15 Öffnung in Anschlußplatte oben oder unten
  - 15' Öffnung in Behälterendplatte oben oder unten
  - 15v Vertiefung auf der Seite der Behälterendplatte
  - 15'v Vertiefung auf der Seite der Anschlußplatte
  - 16 Schlitz in Lochscheibe
- 25 17 aus zwei Keilen bestehender planparalleler Klotz
  - 18 Schraube

### Patentansprüche

- 1. Verfahren für eine Druckwechseladsorptionsanlage dadurch gekennzeichnet, daß ein Arbeitszyklus sich aus den sechs Einzelschritten Gasgemisch einlassen, Gasgemisch eindrücken, Vorvakuum, Vakuum, Produktgas absaugen, Spülen mit Produktgas zusammensetzt und daß auch zwei Einzelschritte zeitgleich ablaufen können.
  - 2. Verfahren für eine Druckwechseladsorptionsanlage nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, daß der Desorptionsprozeß mit der Schaffung eines Vorvakuums beginnt, indem der beladene Behälter (die beladene Kammer 2) an einen von einer Vakuumpumpe (13) geleerten Vakuumbehälter (12), angeschlossen wird.
    - 3. Vorrichtung einer Druckwechseladsorptionsanlage nach Verfahren nach Anspruch 1 und/oder 2 dadurch gekennzeichnet, daß ein Behälter (1) in sechs oder mehr axial angeordnete Kammern (2) unterteilt wird und daß der Gasaustausch sowohl am oberen als auch am unteren Behälterende über sich drehende Lochscheiben (4a, 4b) erfolgt.
    - 4. Vorrichtung einer Druckwechseladsorptionsanlage nach Anspruch 3 dadurch gekennzeichnet, daß eine Lochscheibe (4a, 4b), in der Löcher und/oder Schlitze (16) angebracht sind, dichtend zwischen der Behälterendplatte (3a, 3b), in der Öffnungen (15') vorhanden sind, und der Anschlußplatte (5a, 5b), in der Öffnungen (15) vorhanden sind, läuft und daß bei ihrer Drehung um eine Achse (14) die Öffnungen (15) und (15') über die Schlitze (16) verbunden oder durch die Lochscheibe (4a, 4b) getrennt werden, wodurch ein Gastransport zwischen den Rohrleitungen und den Kammern (2) stattfinden kann oder unterbrochen wird.
    - 5. Vorrichtung einer Druckwechseladsorptionsanlage nach Anspruch 4 dadurch gekennzeichnet, daß jede Öffnung (15) (15') in der Dichtfläche der Anschlußplatte (5a, 5b) oder der Behälterendplatte (3a, 3b) eine flächenmäßig gleich große Vertiefung (15v, 15'v) in der Dichtfläche der gegenüberliegenden Platte (3a oder 3b, 5a oder 5b) oder in der gegenüberliegenden Dichtfläche der Lochscheibe (4a, 4b) hat und daß in der Lochscheibe (4a, 4b) Kanäle (8) angeordnet werden derart, daß sie die Vertiefungen (15v, 15'v) bei der Drehung der Lochscheibe (4a, 4b) ständig mit den Öffnungen (15, 15') in den Platten verbinden.
- 6. Vorrichtung einer Druckwechseladsorptionsanlage nach Anspruch 4 dadurch gekennzeichnet, daß die Abstandsänderung zwischen der Anschlußplatte (5a, 5b) und der Behälterendplatte (3a, 3b) geschieht durch die Dickenveränderung von jeweils aus zwei Keilen bestehenden planparallelen Klötzen (17), indem ein oder mehrere Keil(e) bewegt wird (werden).

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

60

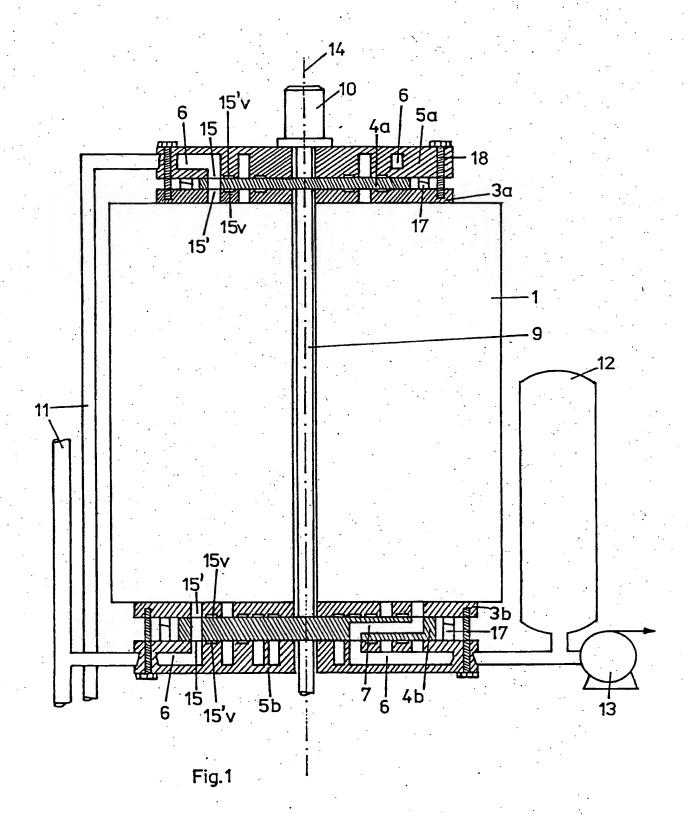
35

45

50

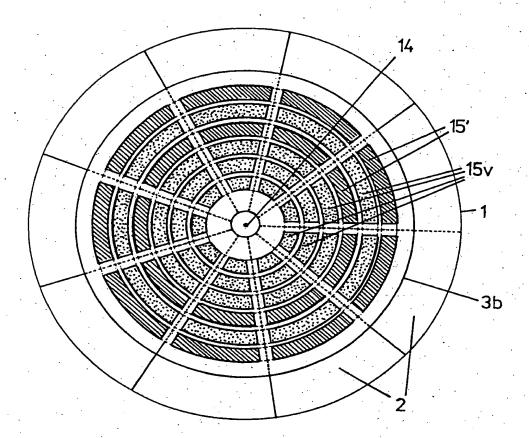
- Leerseite -

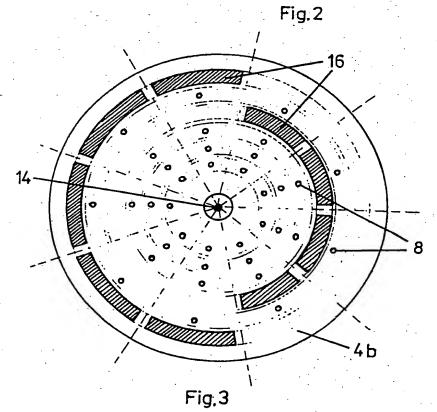
Nummer: Int. Cl.<sup>6</sup>: Offenlegungstag: DE 44 39 682 A1 B 01 D 53/02 9. Mai 1996



Nummer: Int. Cl.<sup>6</sup>: Offenlegungstag:

DE 44 39 682 A1 B 01 D 53/02 9. Mai 1996





Nummer: Int. Cl.<sup>6</sup>: Offenlegungstag:

b)

**DE 44 39 682 A1 B 01 D 53/02**9. Mai 1996

